

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-188152

(43)公開日 平成7年(1995)7月25日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
 C 07 C 271/22  
 A 61 K 7/00  
 9/30  
 47/18  
 // A 61 K 7/16

識別記号 内部整理番号  
 9451-4H  
 C  
 D

F 1

技術表示箇所

審査請求 未請求 求进项の数15 O.L. (全 9 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平6-271476

(71)出願人 592163240

(22)出願日 平成6年(1994)11月4日

ロレアル  
フランス国, 75008・パリ, リュ・ロイアル, 14

(31)優先権主登録番号 9313188

(72)発明者 フィリップ・ミシエル

(32)優先日 1993年11月5日

フランス国, 91320・ヴィス, リュ・ビエ  
ール・エ・マリー・キュリー, 34

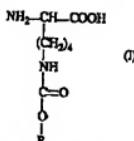
(33)優先権主国 フランス (FR)

(72)発明者 ポルディエ・ティエリー  
フランス国, 93190・リヴリイ・ガルガン,  
レシダンス・ジャン・モネ, 7

(74)代理人 弁理士 八木田 茂 (外1名)

(54)【発明の名称】新規リシン誘導体、その製造方法及びそれを含有する化粧料、医薬、衛生品又は食品組成物

(57)【要約】

【構成】N<sup>1</sup>-アルコキシカルボニル基又はN<sup>1</sup>-アルケニルオキシカルボニル基を有するリシン誘導体であつて、次の式(I):

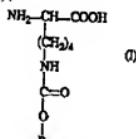
の圧縮固形化を促進し、特に化粧料組成物に対して優れた延展性、皮膚付着性及び光散乱性並びに心地好く且つ滑らかな感触を付与する。

〔式中、Rは直鎖又は分岐鎖(C<sub>1</sub>～C<sub>14</sub>)アルキル基(但し、C<sub>14</sub>アルキル基は分岐鎖アルキル基である)、又は直鎖又は分岐鎖(C<sub>1</sub>～C<sub>14</sub>)アルケニル基を表わす〕で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配置の光学異性体又はこれらの混合物、並びにその製造方法及びそれを含有する化粧料組成物、医薬組成物、衛生品組成物又は食品組成物。

【効果】本発明の化合物は化粧料組成物、医薬組成物、衛生品組成物及び食品組成物の基剤又は支持体粒子

【特許請求の範囲】

【請求項 1】  $N^+$ -アルキルキシカルボニル基又は $N^+$ -アルケニルオキシカルボニル基を有するリシン誘導体であって、次の式(I):



10

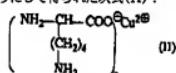
〔式中、Rは直鎖又は分岐鎖( $C_1 \sim C_{14}$ )アルキル基(但し、 $C_{14}$ アルキル基は分岐鎖アルキル基である)、又は直鎖又は分岐鎖( $C_1 \sim C_{14}$ )アルケニル基を表す〕で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配置の光学異性体又はこれらの中間物を含有することを特徴とする、化粧料、医薬、衛生品又は食品組成物。

【請求項 2】 前記の塩が無機カチオン又は有機カチオンの塩である請求項1記載のリシン誘導体。

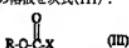
【請求項 3】  $N^+$ -2-ヘキシルデシルオキシカルボニル-L-リシン、 $N^+$ -2-デシルテトラデシルオキシカルボニル-L-リシン及び $N^+$ -テトラデシルオキシカルボニル-L-リシンからなる群から選択されるものである請求項1及び2のいずれかに記載のリシン誘導体。

【請求項 4】 250 °Cよりも高い融点をもち且つ10mm～500μmの粒径、好ましくは0.1～250μmの粒径をもつものである前記請求項のいずれか1項に記載のリシン誘導体。

【請求項 5】 脱知の立体配置をもつリシン又はその塩と、鉄塩溶液とを水性溶媒中で塩基性pHで反応させ、次いでこのようにして得られた次式(II):



示される銅錯合物の溶液を次式(III):



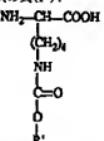
〔式中、Rは請求項1に記載の意義を有し、Xは塩素原子、クロロメチル基及びイミダゾリル基からなる群から選択されるものである〕で示される化合物と反応させ〔但し、前記の式(II)で示される化合物は溶媒なしで添加されるものとする〕、次いでこのようにして得られた $N^+$ -置換リシンの銅塩を脱銅化剤で処理し、さらに所望ならば得られた化合物を精製することとなることを特徴とする、請求項1記載の式(I)で示されるリシン誘導体の製造方法。

【請求項 6】 前記の銅塩溶液が硫酸銅溶液である請求項5記載の製造方法。

【請求項 7】 前記の脱銅化剤がエチレンジアミン四酢

酸のナトリウム塩の水溶液である請求項5又は6に記載の製造方法。

【請求項 8】 次の式(I'):



2

〔式中、R'は直鎖又は分岐鎖( $C_1 \sim C_{14}$ )アルキル基又はアルケニル基を表す〕で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配置の光学異性体又はこれらの中間物を含有することを特徴とする、化粧料、医薬、衛生品又は食品組成物。

【請求項 9】 前記の式(I')で示されるリシン誘導体が $N^+$ -2-エチルヘキシルオキシカルボニル-L-リシン、 $N^+$ -ドデシルオキシカルボニル-L-リシン、 $N^+$ -ヘキサデシルオキシカルボニル-L-リシン、 $N^+$ -2-デシルオキシカルボニル-L-リシン、 $N^+$ -2-ブチルオクチルオキシカルボニル-L-リシン、 $N^+$ -2-ヘキシルデシルオキシカルボニル-L-リシン、 $N^+$ -2-デシルテトラデシルオキシカルボニル-L-リシン及び $N^+$ -テトラデシルオキシカルボニル-L-リシンからなる群から選択されるものである請求項8及び2のいずれかに記載のリシン誘導体。

【請求項 10】 前記リシン誘導体が組成物の全重量に対して0.05%～80重量%の割合で存在する請求項8又は9に記載の組成物。

【請求項 11】 前記リシン誘導体が組成物の全重量に対して1%～30重量%の割合で存在する請求項8又は9に記載の組成物。

【請求項 12】 過加成分として界面活性剤、脂肪質物質、有機溶媒、シリコーン類、増粘剤、エモリエント剤、太陽光遮断剤、処理剤、消泡剤、加湿剤、芳香剤、防腐剤、酸化防止剤、金属封鎖剤、風味剤、塩基性化剤、酸化剤、充填剤及び無機又は有機粉末からなる群から選択される添加剤の少なくとも1種を含有する請求項8～11のいずれか1項に記載の組成物。

【請求項 13】 請求項8又は9に記載の式(I')で示されるリシン誘導体を基剤粒子又は支持体粒子の被覆用の物質として使用する方法。

【請求項 14】 前記の基剤粒子又は支持体粒子が、着色されていてもよい不溶性充填剤である請求項13記載の使用方法。

【請求項 15】 前記充填剤が、亜鉛、鉄、チタン、マンガン、セリウム及び/又はジルコニウムの酸化物並びにこれらのナノ(nano)顕料、あるいはナイロン粉末、ポリエチレン粉末、聚丙烯粉末又はタルク粉末から選択されるものである請求項14記載の使用方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はN<sup>+</sup>-アルコキシカルボニル基又はN<sup>+</sup>-アルケニルオキシカルボニル基を有する新規リシン誘導体、その製造方法及びその使用方法、特に化粧料組成物、医薬組成物、衛生品組成物又は食品組成物において圧縮固形化(compactation)を促進することを可能にする助剤としての使用方法に関する。

【0002】

【從来の技術及び本発明が解決しようとする課題】 欧州特許第139,481号明細書には、化粧料組成物であって、無機化合物の分散性を高めることを目的に該無機化合物の表面を改質するための薬剤として、塩基性アミノ酸のN-モノアシル化誘導体 (その脂肪族アシル基は炭素原子を8~22個有するものである) か又は塩基性アミノ酸のN-ジアシル化誘導体 (その2個の脂肪族アシル基は同一であるか又は異なりそれぞれ炭素原子を8~22個有するものである) を使用する化粧料組成物が記載されている。

【0003】 また、欧州特許第336,265号明細書には、整型化用化粧料組成物であって、塩基性アミノ酸のN-モノアシル化誘導体 (その脂肪族アシル基は炭素原子を8~22個有するものである) を界面活性剤として含有してなる整型化用化粧料組成物が記載されている。

【0004】 しかしながら、前記の塩基性アミノ酸のアシル化誘導体は圧縮固形化する(compact)ことが非常に困難であり、しかも不可能である。

【0005】 現在、ある種の化粧料組成物、医薬組成物及び衛生品組成物がいわゆる「コンパクト(compact)」すなわち圧縮粉末の形状で提供されることは知られている。これらの組成物は、主として固体粒子と脂肪質結合剤 (油類又は油類とロウ類の混合物) とからなる無水組成物であり、しかも圧縮固形化によるかくして型として機能する容器に投入することによって付形される。

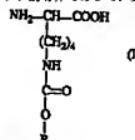
【0006】 しかしながら、最終製品が十分に均質でなければならず、しかも良好な被除害性(ability to be removed)を有し、さらに特に衝撃によって生じ得る破砕を避ける良好な性質を有すべく圧縮されねばならないという理由から、かかる組成物の開発には多数の困難が待ち上がる。

【0007】

【課題を解決するための手段、作用及び効果】 今般、意外にも、N<sup>+</sup>-アルコキシカルボニル基又はN<sup>+</sup>-アルケニルオキシカルボニル基を有する新規な一群のリシン誘導体が、前記の対応する從来のN-アシル化誘導体とは著しく異なって、前記の条件を満たし且つ前記組成物の製造を容易にすばりでなく、該リシン誘導体を含有する化粧料組成物に対して特に都合のよい延展性、皮膚付着性及び光散乱性並びに心地よく且つ滑らかな感触を付与することを可能にすることを認めた。

【0008】 従って、本発明の要旨によれば、N<sup>+</sup>-アル

コキシカルボニル基又はN<sup>+</sup>-アルケニルオキシカルボニル基を有するリシン誘導体であって、次の式(I):



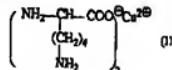
10 [式中、Rは直鎖又は分岐鎖(C<sub>1</sub>~C<sub>24</sub>)アルキル基 (但し、C<sub>16</sub>アルキル基は分岐鎖アルキル基である)、又は直鎖又は分岐鎖(C<sub>1</sub>~C<sub>24</sub>)アルケニル基を表わす] で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配位の光学異性体又はこれらの混合物が提供される。

【0009】 前記の式(I)で示されるリシン誘導体の塩の中から、1価の無機カチオンの塩例えばナトリウム塩あるいは2価の無機カチオンの塩例えば亜鉛塩又は銅塩、並びに有機カチオンの塩、例えばアミノプロパンジオール塩、トリス(2-ドロシアミノメタン)塩、グルカミン塩及びN-メチルグルカミン塩を挙げ得る。

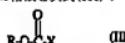
【0010】 前記の式(I)で示されるリシン誘導体の中から、特にN<sup>+</sup>-2-ヘキシルデシルオキシカルボニル-L-リシン、N<sup>+</sup>-2-デシルテトラデシルオキシカルボニル-L-リシン及びN<sup>+</sup>-テトラデシルオキシカルボニル-L-リシンを挙げ得る。

【0011】 本発明の化合物は10nm~500μm、好ましくは0.1~25μmの粒径をもつ固体の形状で提供される。本発明の化合物は油類及び組5~8の水溶液の両方にほとんど溶け得る。本発明の化合物は高融点すなわち250℃よりも高い融点と、高い光反射性と、優れた皮膚付着性とを有する。

【0012】 本発明の別の要旨によれば前記の式(I)で示されるリシン誘導体の製造方法が提供される。この製造方法は、既知の立体配位をもつリシン又はその塩と、銅塩溶液とを水性溶媒中で塩基性pHで反応させ、次いでこのようにして得られた式(II) :



40 で示される銅錯化合物の溶液を式(III) :

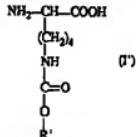


【式中、Rは請求項1に記載の意義を有し、Xは塩基原子、クロロメチル基及びイミダゾリル基からなる群から選択されるものである】 で示される化合物と反応させ【但し、前記の式(II)で示される化合物は溶媒なしで添加されるものとする】、次いでこのようにして得られ

たN-置換リシンの鋼塗を脱錫化剤で処理し、さらに所望ならば得られた化合物を精製することからなる。

【0013】本発明の製造方法で使用する前記の鋼塗液の中から、特に硫酸銅溶液を挙げ得る。前記の反応溶媒の塩基性pHは8~14であることが好ましい。本発明の前記の式(I)で示されるリシン誘導体の製造方法の好ましい態様によれば、使用する脱錫化剤はエチレンジアミン四酢酸のジナトリウム塩の水溶液である。

【0014】本発明の別の要旨によれば、次の式(I'):



(式中、R'は直鎖又は分岐鎖(C<sub>4</sub>~C<sub>12</sub>)、アルキル基又はアルケニル基を表す)で示されるリシン誘導体並びにその塩及びそのD-もしくはL-立体配置の光学異性体又はこれらの混合物を含有してなる化粧料組成物、医薬組成物、衛生品組成物又は食品組成物が提供される。

【0015】前記の式(I')で示されるリシン誘導体の中から、特にN<sup>1</sup>-2-エチルヘキシルオキシカルボニル-L-リシン、N<sup>1</sup>-ドデシルオキシカルボニル-L-リシン、N<sup>1</sup>-ヘキサデシルオキシカルボニル-L-リシン、N<sup>1</sup>-デシルオキシカルボニル-L-リシン、N<sup>1</sup>-2-ブチルオクチルオキシカルボニル-L-リシン、N<sup>1</sup>-2-ヘキシルデシルオキシカルボニル-L-リシン、N<sup>1</sup>-2-デシルテトラデシルオキシカルボニル-L-リシン及びN<sup>1</sup>-テトラデシルオキシカルボニル-L-リシンを挙げ得る。

【0016】前記の式(I')で示されるリシン誘導体のうちのいくつかは公知であり、それらは米国特許第3,541,135号明細書にアレルギー及び炎症の治療における活性化合物の中間体として記載されている。

【0017】本発明の前記組成物中の前記の式(I')で示されるリシン誘導体の割合は、組成物の全重量に対して0.05~80重量%であるのが好ましく、特に1~30重量%であるのが好ましい。

【0018】もちろん、本発明のリシン誘導体は、本発明の組成物中に遊離の形態又は以下に記載のようにして該誘導体が被覆する基剤又は支持体(substrate)粒子と組合せた形態で存在せ得る。

【0019】本発明の組成物は種々の形態で、例えば分散物、増粘化又はゲル化されているにもヨーローション、"圧縮され(compacted)" でいてもよい粉末、乳液、クリーム、スティック(棒状物)あるいはまた該組成物をエアゾールとして充填したフォーム又はスプレーの形態で提供し得る。

【0020】本発明の組成物は特に水中油型エマルジョン、油中水型エマルジョン、小胞物分散物(vesicular d

ispersion)あるいはまた固体分散物であり得る。

【0021】本発明の組成物は特に化粧用メークアップ組成物、例えばファンデーションクリーム、演歌クリーム、マスカラ、頬紅、アイシャドー、棒状口紅、マニキュア液及び化粧落とし(exfoliative)組成物の形態で提供し得る。

【0022】本発明の組成物の具体的な態様によれば、後者はいわゆる"コンパクト"の形態で提供される。前記の一般式(I')の化合物は前記組成物の各種成分の圧縮固形化を促進する。

【0023】これらのいわゆるコンパクト組成物の中から、ファンデーションクリーム、頬紅、アイシャドー、棒状口紅を特に挙げ得る。

【0024】また、本発明の組成物は医薬組成物又は衛生品組成物、例えば練り歯磨、全身又は赤ん坊用の白粉、防汗(anti-perspirant)白粉であり得る。

【0025】本発明の組成物は、前記の式(I')で示されるリシン誘導体の他に追加成分として界面活性剤、脂肪質物質、有機溶媒、シリコーン類、増粘剤、エモリエン卜剤、太陽光線遮断剤、処理剤、消泡剤、加湿剤(moist urlizing agent)、芳香剤、防腐剤、酸化防止剤、金属封鎖剤、風味剤(Flavouring agent)、塩基性化剤、酸性化剤、充填剤及び無機又は有機粉末からなる群から選択される添加剤の少なくとも1種を含有し得る。

【0026】エマルジョンの形態で提供される本発明の組成物に使用し得る界面活性剤の中から、慣用の界面活性剤(それらは陰イオン性、陽イオン性、非イオン性又は両性のものである)又は該界面活性剤の混合物を挙げ得る。

【0027】本発明の組成物に使用し得る前記の脂肪質物質の中から、油類、ロウ類、脂肪酸類、脂肪アルコール類又は該脂肪質物質の混合物を挙げ得る。

【0028】前記の油類は動物起源、植物起源、無機物起源又は合成物起源のものであり得る。特に、バーム油、水蝦ひまし油、液状パラフィン及びparcellin油を挙げ得る。

【0029】前記のロウ類は動物起源、植物起源、無機物起源又は合成物起源のものであり得る。特に、蜜ロウ、モンタンロウ、カルナウバロウ、キャンデリラロウ、サトウキビロウ(sugar cane wax)、モクロウ、オゾケライトすなわち地ロウ、蜜晶ロウ、バラフィンロウ、ラノリノロウ、蜜元ラノリノロウ及びアセチル化ラノリノロウを挙げ得る。

【0030】本発明の組成物に使用し得る充填剤の中から、特に、着色されていてもよい不溶性充填剤、例えば顔料又は金属酸化物、例えばチタン、亜鉛、鉄、チタン、マンガン、セリウム及びノンスはジルコニウムの酸化物及びこれらのナノ(nano)顔料、あるいはナイロン粉末、ポリエチレーン、蜜母粉末又はタルク粉末を挙げ得る。

【0031】本発明のさらの他の要旨によれば、基粒粒子又は支持体粒子の被覆用の物質であって該粒子に対してもよりよい性質を付与すること可能にする、特にその均一性を増大すること及び該粒子を含有する化粧料組成物の感触を向上させることを可能にする物質として前記の式(1')で示されるリンシング導体を使用する方法が提供される。

【0032】このように被覆され得る粒子の中から、特に、顔料及び前記のような軟状充填剤及び微小球例えばCasco Nobel社から“Expanc 551 DE 20”及び“Expanc e551 DE”という商品名で販売されている塩化ビニリデン/アクリロニトリル・共重合体の中空微小球を挙げ得る。

### 【0033】

【実施例】N<sup>+</sup>-アルキシウスはN<sup>+</sup>-アルケニルオキシカルボニル基を含有するリンシング導体の製造実施例及び該導体を含有する種々の組成物の実施例を、説明のため以下に示す。

### 【0034】製造実施例

#### 実施例1：N<sup>+</sup>-ドデシルオキシカルボニル-L-リシンの製造

温度計と50mlの滴下漏斗とを備えた容量250mlの三ツ首フラスコ中で15g(82.1ミリモル)のL-リシン・一塩酸塩を室温で66mlの水酸化ナトリウムの10%の水溶液で溶解させた。次いで前もって30mlの水に溶解した10.2g(41.4%

元素分析 C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ; MW(分子量) = 358.526

	C %	H %	N %	O %
計算値	63.65	10.68	7.81	17.85
実測値	63.43	10.65	8.05	17.88

鋼の存在: 696ppm

Coulter カウンターTA IIを用いて測定した粒度: 平均寸法(個数)=2.23μm

標準偏差=1.36μm

#### 【0036】実施例2：N<sup>+</sup>-ヘキサデシルオキシカルボニル-L-リシンの製造

実施例1に記載したのと同じ方法により、白色粉末の形状

元素分析 C<sub>22</sub>H<sub>46</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ; MW=414.634

	C %	H %	N %	O %
計算値	66.56	11.09	6.75	15.43
実測値	66.70	11.07	6.58	15.18

鋼の存在: 0.45%

Coulter カウンターTAIIを用いて測定した粒度: 平均寸法(個数)=4.58μm

標準偏差=5.62μm

#### 【0037】実施例3：N<sup>+</sup>-2-エチルヘキシルオキシカルボニル-L-リシンの製造

実施例1に記載したのと同じ方法により、白色粉末の形で存在する8.4gのN<sup>+</sup>-2-エチルヘキシルオキシカルボニル-L-リシン(収率34%)が14.8g(82.1ミリモル)の2-

エチルヘキシルクロロホルムートを用いて得られた。

\*06ミリモル)の硫酸銅五水和物を添加した。均質化後に、反応媒質を5°Cの温度に冷却した。次いで8.2g(82.1ミリモル)の炭酸水素ナトリウムを添加し、次いで19.3g(82.1ミリモル)のデシルクロロホルムートを滴加した。室温で一夜放置した後に反応媒質を濾過し、かくして得られた青色の沈澱物を水洗し、次いで五酸化銅上で乾燥させた。次いで青色の無機物の粗製物をエチレンジアミン四酢酸の二水とニトリウム塩(120ミリモル)の10%水溶液で還流温度で4時間処理し、該混合物を冷却し、沈澱物を濾取し、水で洗浄し、アセトンで洗浄し次いで乾燥させた。次いでこの処理を白色生成物が得られるまで反復した。かくして4%の収率で白色粉末の形で存在する21.8gのN<sup>+</sup>-ドデシルオキシカルボニル-L-リシンが得られた。

### 【0035】分析値：

融点: > 260°C (Kofler法)

質量スペクトル: (TSQ 70 CI-DCI): m/z: 359 (M<sup>+</sup>), 315 (M-CO<sub>2</sub>+H<sup>+</sup>), 169 (C<sub>12</sub>H<sub>23</sub>+)

NMRスペクトルはBruker WM250上で記録した

### <sup>1</sup>H NMR (CD<sub>3</sub>OD):

4.12ppm (3H, n, CH <sub>2</sub> -12及びCH-188);
3.22ppm (2H, t, CH <sub>2</sub> -14);
1.26~1.67ppm (26H, n, CH <sub>2</sub> -2~11及び15~17);
0.95ppm (3H, t, CH <sub>3</sub> -1)

30°Cで存在するN<sup>+</sup>-ヘキサデシルオキシカルボニル-L-リシン(収率85.5%) 29.1gがヘキサデシルクロロホルムート25g(82.1ミリモル)を用いて得られた。◎

### 分析値：

融点: > 260°C (Kofler法)

質量スペクトル: (TSQ 70 CI-DCI): m/z: 415(M<sup>+</sup>), 367.2, 279.1, 225.1

分析値: 融点: > 260°C (Kofler法)

NMRスペクトルはBruker WM250上で記録した

### <sup>1</sup>H NMR (CD<sub>3</sub>OD):

4.07~4.15ppm (3H, t+n, CH <sub>2</sub> -8及びCH-14);
3.23ppm (2H, t, CH <sub>2</sub> -10);
1.98~2.1ppm (2H, n, CH <sub>2</sub> -13);
1.38~1.61ppm (13H, n, CH <sub>2</sub> -2~4及び6, 11, 12及びCH-5);
0.97ppm (6H, 2t, CH <sub>3</sub> -1及び7)

元素分析	C <sub>14</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	MW=302.417
	C %	H %
計算値	59.58	10.00
実測値	58.83	10.06

銅の存在: 100ppm

Coulter カウンターTAIIを用いて測定した粒度: 平均寸法(個数): 2.57  $\mu$ m標準偏差=1.86  $\mu$ m【0038】実施例4: N<sup>+</sup>-デシルオキシカルボニル-L-リシンの製造実施例1に記載したのと同じ方法により、白色粉末の形で存在するN<sup>+</sup>-デシルオキシカルボニル-L-リシンが、アルキルクロロホルムートとしてデシルクロロホルメートを用いて得られた。

分析値:

融点: 244.9 °C (DSC Mettler法)

元素分析	C <sub>14</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	MW=330.5
	C %	H %
計算値	61.72	10.29
実測値	61.97	10.50

銅の存在: 340ppm

水/エタノール(1:1)混合物中で0.4%でLeeds & Worthrup型マイクロトラックX 100を用いて光散乱法により測定した粒度: 平均寸法(個数): 0.69  $\mu$ m。【0039】実施例5: N<sup>+</sup>-2-ブチルオクチルオキシカルボニル-L-リシンの製造実施例1に記載したのと同じ方法により、白色粉末の形で存在するN<sup>+</sup>-2-ブチルオクチルオキシカルボニル-L-リシンがアルキルクロロホルムートとして2-ブチルオクチルクロロホルムートを用いて得られた。

分析値:

融点: &gt; 260°C (Baukofler法)

元素分析	C <sub>14</sub> H <sub>22</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	MW=358.526
	C %	H %
計算値	63.65	10.68
実測値	63.78	10.69

銅の存在: 60ppm

水/エタノール(1:1)混合物中で0.4%でLeeds & Worthrup型MicrotracX 100を用いて光散乱法により測定した粒度: 平均寸法(個数): 1.66  $\mu$ m。【0040】実施例6: 亜鉛N<sup>+</sup>-デシルオキシカルボニル-L-リシネートの製造実施例1で得られた5 g (13.9ミリモル)のN<sup>+</sup>-デシルオキシカルボニル-L-リシンを250mlのピーカー中で70°Cで5.6mlの水酸化ナトリウム10%水溶液及び50mlの元素分析値: 2 C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>-Zn: MW=780.405

	C %	H %	N %	O %	Zn %
計算値	58.49	9.56	7.18	16.4	8.38
計算値 (+ 1.2モルH <sub>2</sub> O)	56.85	9.52	6.98	18.35	8.15

II

I2

実測値 56.88 9.25 7.09 18.91 8.00

水／エタノール(1/1)混合物中で 0.4% "Leeds & Worth  
rup型式マイクロトラック X 100を用いて光散乱法により測定した粒度：平均寸法(個数)；0.85  $\mu\text{m}$ 。

【0041】組成物の実施例

\*

成分相A：

タルク	36.7g
オキシ塩化ビスマス	10g
ステアリル酸亜鉛	4g
N <sup>+</sup> -ドクサルオキシカルボニル-L-リシン	20g
Atochem 社により "Orgasal 2082 D Nat Extra Cos" の名称で販売されるナイロン12	20g
香 料	1.6g
Casco Nobel 社により "Expancel 551 DE 20" の名称で市販される中空微小球	0.1g
BASF社により "Sicome! Yellow 10" の名称で市販される黄色酸化鉄	0.6g
BASF社により "Sicome! Brown ZP 3569" の名称で市販される褐色酸化鉄と黄色酸化鉄との混合物	0.8g
BASF社により "Sicome! Black 85" の名称で市販される黒色酸化鉄	0.2g

成分相B：

流動パラフィン	6g
---------	----

【0042】成分相Aの成分全てを5分間温浴に粉砕し、次いで成分相Bを添加した。該混合物を次いで2分間温浴に粉砕し次いで3分間温浴し粉砕した。得られた組成物を0.160mmの筛を用いて筛分し、得られた製剤を小皿に分割次いで60パールの圧力で緻密化した。かくして

得られた緻密な粉末は満足な硬度を有し、衝撃に対して高度に耐性である。該粉末は容易に碎解されしかも皮膚上に容易に延展され高度に満足な接着性を示す。

【0043】実施例II：口紅棒

次の成分を混合した：

ジョジョバ油	11.65g
ゴマ油	11.31g
Jan Dekker社により "Antracine 8" の名称で市販されるジ-第4級ブチル-1ヒドロシトルエン	0.07g
Westbrook 社により "Lanesta SLPV" の名称で市販される安定化したイソプロピルラノレート	12.48g
Chinex社により "Mexanyl GO" の名称で市販される2-エチルヘキシリグリセリルベヘネート	11.31g
Amoco Chemical社により "Indopol E300" の名称で市販されるポリブチレン	12.48g

該混合物を60~70°Cの温度で1時間水浴上で加熱し、次いで次の成分の混合物を添加した：

Wackher社により "DC Red 7 W005" の名称で市販されるコロホニー上のリソールレッドBのカルシウムレーキ	2.1g
Clark Color 社により "FDC Yellow 6 Al Lake BC-6508" の名称で市販されるアルミニウム上のブリリアントイエローF C Pのアルミニウムレーキ	7.32g
黄色の酸化鉄	0.2g
BASF社により "Sicome! Brown ZP 3569" の名称で市販される褐色酸化鉄と黄色酸化鉄との混合物	1.35g
Schleben社により "Hombilan R 301" の名称で市販される未加工のルチル型酸化チタン	0.649g

【0044】かくして得られた混合物をディスコンチミ \*合物を添加した：  
ル(Discontinu) 粉砕機を用いて粉砕し、次の成分の混 \*

蜜ロウ	3.18 g
Barco社により "Polywax 500" の名称で市販される	
ポリエチレンワックス	12.74 g
Henkel社により "Propoxyl 1695" の名称で市販される	
オキシプロピレン化ラノリンワックス	12.86 g

該混合物を100°Cで1時間加熱した後に、均質な混合物 素化しており良好な耐衝撃性を有した。口紅棒は唇に容易が得られこれに 0.3 g の香料を添加した。混合物の温度 に塗布され、なめらかで良好な保持力を有する。

が大体60°Cに再び降下した時に 2 g のN<sup>+</sup>-ドデシルオキ 10 【0045】実施例III：化粧落しクリーム

シカルボニル-L-L-リシンを添加し、該混合物を成形型に 次の成分を混合した：

そいいだ。かくして得られた口紅棒は同時に均質で緻密な

ICI Surfactants社により "Span 60" の名称で市販	
されるソルビタンモノステアレート	6 g
Chimex社により "Chimexane NB" の名称で市販される	
ポリアセロール化オレインアルコール	4 g
アラントイン	0.2 g
D-パンテノール	0.8 g
水	78.98 g

該混合物を80°Cに加熱した後に、10 g のN<sup>+</sup>-ドデシルオキ 20 蘆薈剤 0.02 g を添加した。かくして得られたクリームは皮 キシカルボニル-L-L-リシンをモリツツ(Moritz)攪拌機を 膚に容易に塗布されしかもわめてなめらかであった。

用いて攪拌しながら添加し、次いで該混合物を均質化し た。【0046】実施例IV：口紅棒

該混合物の温度が再び大体40°Cに降下した時に、Ro 実施例IIに記載したのと同じ方法により、次の成分から

hu-Haas社により "Kathon CG" の名称で市販される防

口紅棒を製造した：

ショジョバ油	11.65 g
ゴマ油	11.31 g
Jan Dekker社により "Antracine 8" の名称で市販される	
ジ-第4級ブチル-4-ヒドロキシトルエン	0.07 g
Westbrook社により "Lanesta SLPV" の名称で市販される	
安定化したイソプロピラノレート	12.48 g
Chimex社により "Mexanily GG" の名称で市販される	
2-エチルヘキシリグリセリルベネート	11.31 g
Anoco Chemical社により "Indopol H300" の名称で市販さ	
れるオボリブチレン	12.48 g
Wackherr社により "DC Red 7 W005" の名称で市販される	
コロホニ-上のリソールレッドBのカルシウムレーキ	2.1 g
Clark Color社により "FDC Yellow 6 Al Lake BC-6508"	
の名称で市販されるアルミナ上のブリリアントイエロー	
F C Fのアルミニウムレーキ	7.32 g
黄色の酸化鉄	0.2 g
BASF社により "Sicomet Brown IP 3569" の名称で市	
販される褐色酸化鉄と黄色酸化鉄との混合物	1.35 g
Sachtleben社により "Bombian R 301" の名称で市販され	
る未加工のルチル型酸化チタン	0.649 g
蜜ロウ	3.18 g
Barco社により "Polywax 500" の名称で市販される	
ポリエチレンワックス	12.74 g
Henkel社により "Propoxyl 1695" の名称で市販される	
オキシプロピレン化ラノリンワックス	12.86 g
N <sup>+</sup> -ブチルオクチルオキシカルボニル-L-L-リシン	2.0 g

【0047】かくして得られた口紅棒は同時に均質で緻密化しており、良好な耐衝撃性を有する。この口紅棒は唇に容易に塗布され、なめらかで良好な保持力を有した。

\* 【0048】実施例V：口紅棒

実施例IIに記載したのと同じ方法により、次の成分から口紅棒を製造した：

\*

ジョジョバ油	11.65 g
ゴマ油	11.31 g
Jan Dekker社により "Antracine 8" の名称で市販されるジ-第4級ブチレーハイドロキシトルエン	0.07 g
Westbrook社により "Lanesta SLPV" の名称で市販される安定化したイソプロピルラノレート	12.48 g
Chimer社により "Mexanyl GG" の名称で市販される2-エチルヘキシルグリセリルベネート	11.31 g
Anoco Chemical社により "Indopol H300" の名称で市販されるポリブチレン	12.48 g
Wackherr社により "DC Red 7 W005" の名称で市販されるコロホニー上のリソルベントFのカルシウムレーキ	2.1 g
Clark Color社により "FDC Yellow 6 Al Lake BC-6508" の名称で市販されるアルミナ上のブリリアンティエロー F C F のアルミニウムレーキ	7.32 g
黄色酸化鉄	0.2 g
BASF社により "Sicomet Brown ZP 3569" の名称で市販される褐色酸化鉄と黄色酸化鉄との混合物	1.35 g
Sachtleben社により "Bomblian R 301" の名称で市販される未加工のルチル型酸化チタン	0.649 g
蜜ロウ	3.18 g
Barco社により "Polywax 500" の名称で市販されるポリエレンワックス	12.74 g
Enkel社により "Propoxyol 1695" の名称で市販されるオキシプロピレン化ラノリンワックス	12.86 g
亜鉛N-ドデシルオキシカルボニルレリシネート	2.0 g

【0049】かくして得られた口紅棒は同時に均質で緻密であり、良好な耐衝撃性を有した。この口紅棒は唇に容易に塗布されしかもなめらかで良好な保持力を有した。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号 庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 61 K 7/32